

Bibliotheek  
Proefstation  
Naaldwijk

A  
2  
W  
80

PROEFSTATION VOOR TUINBOUW  
ONDER GLAS TE NAALDWIJK

## PROEFSTATION VOOR TUINBOUW ONDER GLAS

### Modificatie Kalium- en Natriumbepalingen met Atomaire Emissie Spectrometrie

W.R. van de Woestijne  
C.W. van Elderen

Naaldwijk, januari 1990

Intern verslag nr. 9

2243251

INHOUDSOPGAVE

	blz.
1. Inleiding.	2
2. Onderzoek en Resultaten	3
2.1.1 Invloed van cesium op de ijklijn	3
2.1.2 Resultaten van het onderzoek naar de invloed van cesium op de ijklijn	3
2.2.1 Vergelijking van de invloed van verschillende ijklijnen op gehalten in de monsters	4
2.2.2 Resultaten van de vergelijking van de invloed van verschillende ijklijnen	4
2.3.1 Nieuwe methodes	5
2.3.2 Toetsing van de nieuwe methodes	5
2.3.3 Resultaten toetsing nieuwe methodes	5
2.3.4 Nieuwe voorschriften	5
3. Samenvatting en conclusies.	7
Literatuur.	8
Bijlage I.	
Bijlage II.	
Bijlage III.	
Bijlage IV.	

## 1. Inleiding.

De kalium-bepalingen worden uitgevoerd via Atomaire Emissie Spectrometrie met behulp van de PE 5000. Door de vorm van de ijklijn is het niet mogelijk deze direct door het apparaat te laten berekenen, zodat gekozen is voor meting van 5 standaarden (in plaats van de gebruikelijke 3) waarbij de analist zelf de ijklijn tekent en de waarden afleest. Dit is tijdrovend en werkt fouten in de hand. De vorm van de ijklijn wordt beïnvloed door het zogenaamde ionisatie-effect, waarbij door de hoge vlamtemperatuur een deel van de kalium-atomen niet wordt aangeslagen, maar geïoniseerd. Als gevolg van dit effect ontstaat er een afbuiging in het onderste deel van de ijklijn. Het ionisatie-effect en dus ook de afbuiging in het onderste deel van de ijklijn kan voorkomen worden door aan de te meten oplossingen een ionisatiebuffer toe te voegen, dit is een grote overmaat van een ander metaal dat gemakkelijker ioniseert dan het te bepalen metaal.

In het geval van kalium zijn er maar enkele metalen geschikt om gebruikt te worden als ionisatiebuffer. Cesium is de meest geschikte, omdat deze de laagste ionisatie-energie heeft en dus het beste werkt. Het onderzoek spitst zich dan ook toe op de kalium-bepaling met cesium als ionisatiebuffer. Tevens is er onderzocht of kalium als ionisatiebuffer bij de natriumbepaling ook vervangen kan worden door cesium, om zo enige vorm van standarisatie te verkrijgen.

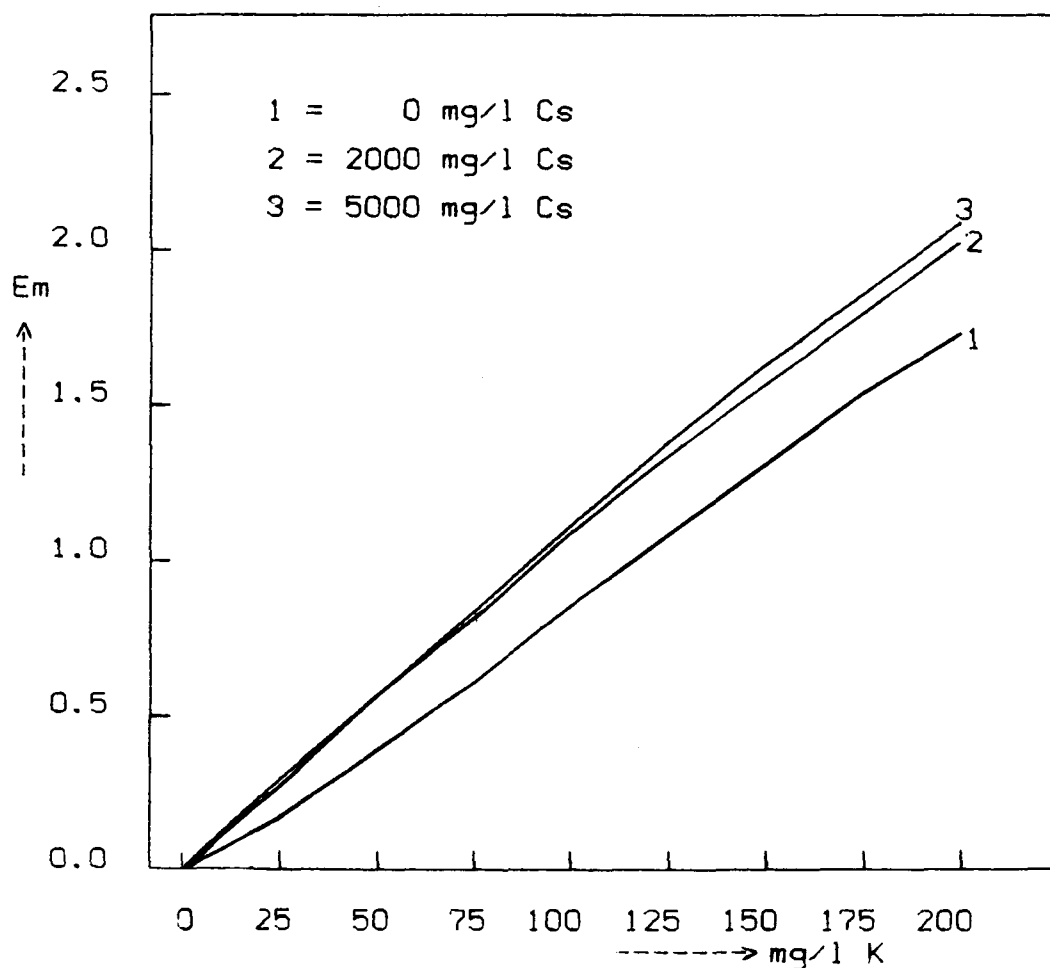
## 2. Onderzoek en Resultaten.

### 2.1.1 Invloed van Cesium op de ijklijn

Onderzocht is de werking van cesium als ionisatiebuffer bij verschillende concentraties cesium en bij verschillende soorten matrices. Dit voor de kalium- en natrium-bepalingen. De gebruikte concentraties cesium zijn 0, 2000 en 5000 mg/l cesium en als matrices zijn gebruikt 0.04 mol/l H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> en 0.1 mol/l HCl. De invloeden en werking ervan werd bekeken door ijklijnen te maken met daarin alle mogelijke combinaties van de genoemde cesium-concentraties en matrices en daarvan de emissies te meten, hiervan zijn dan ijklijnen getekend en deze zijn weer met elkaar vergeleken.

### 2.1.2 Resultaten van het onderzoek naar de invloed van cesium op de ijklijn

Uit de resultaten van het onderzoek naar de toepassing van cesium als ionisatiebuffer blijkt dat er grote verschillen zijn tussen 0 mg/l Cs enerzijds en 2000/5000 mg/l Cs anderzijds, terwijl de verschillen tussen 2000 en 5000 mg/l Cs klein zijn (zie bijlage I). Uitgezet in een grafiek is dit het beste te zien bij de kalium-bepaling in de zwavelzuurmatrix (zie figuur 1).



figuur 1. Kalium-ijklijnen met verschillende cesium-concentraties in zwavelzuurmatrix (0,04 mol/l H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)

### 2.2.1 Vergelijking van de invloed van verschillende ijklijnen op gehalten in de monsters

Er is een vergelijking gemaakt tussen kalium- en natrium-gehalten in gewasmonsters, bepaald met verschillende ijklijnen.

Bij kalium zijn de volgende combinaties gebruikt ;

A. ijklijn en monsters in 0.04 mol/l H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

B. ijklijn en monsters in 0.04 mol/l H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> en 5000 mg/l Cs

waarna als volgt gemeten is ;

1. emissies van ijklijn en monsters meten, zelf ijklijn tekenen en zelf gehalten uitrekenen (dit voor beide combinaties A en B).
2. drie standaarden van de ijklijn in de PE 5000 invoeren en de PE 5000 de ijklijn laten berekenen, waarna de monsters gemeten worden (dit ook voor de combinaties A en B).

Bij natrium zijn de onderstaande combinaties gebruikt ;

C. ijklijn en monsters in 0.04 mol/l H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

D. ijklijn en monsters in 0.04 mol/l H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> en 0.125 % K

E. ijklijn en monsters in 0.04 mol/l H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> en 5000 mg/l Cs

van deze drie combinaties zijn de ijklijnen direct in de PE 5000 ingevoerd, en heeft deze ook de ijklijnen en gehalten berekend.

Er is voor het onderzoek een selectie gemaakt van gewasmonsters, waarvan verwacht wordt dat de gehalten een groot concentratiegebied bestrijken. Hiervoor zijn de volgende monsters gekozen ;

1. jong blad tomaat 2
2. jong blad tomaat 4
3. middeljong blad tomaat 2
4. middeljong blad tomaat 4
5. oud blad tomaat 2
6. oud blad tomaat 4
7. komkommerblad
8. paksoi
9. sla volle grond
10. spinazie
11. S-8602, komkommerblad

### 2.2.2 Resultaten van de vergelijking van de invloed van verschillende ijklijnen

Bij de vergelijking die gemaakt is tussen de verschillende methodes, waarbij er gebruik gemaakt is van de bovenstaande 11 monsters, welke dan zijn gemeten volgens de onder 2.2.1 vermelde methodes A t/m E, blijkt dat er grote verschillen kunnen optreden tussen het zelf tekenen van de kaliumijklijn en berekenen van de gehalten kalium of dit door het apparaat te laten doen. Zoals verwacht was het niet mogelijk de kaliumijklijn zonder ionisatiebuffer in te voeren in het apparaat, vanwege de vorm van deze ijklijn (voor overzicht resultaten zie bijlage II).

Bij natrium is het wel mogelijk de ijklijn zonder ionisatiebuffer in te voeren in het apparaat, hier is het ionisatie-effect echter goed te zien in de gemeten gehalten, waarbij de serie zonder ionisatiebuffer veel hogere gehalten geeft dan de series met ionisatiebuffer. De series met buffer verschillen heel weinig, wat ook te verwachten is (voor overzicht resultaten zie bijlage II).

### 2.3.1 Nieuwe methodes

Aan de hand van de resultaten van de voorgaande onderzoeken zijn er nieuwe methodes opgesteld voor de kalium- en natrium-bepalingen. Bij de nieuwe methodes wordt er gewerkt met een concentratie van 2000 mg/l Cs in de standaarden en in de verdunde monsters. (deze concentratie cesium voldoet even goed als 5000 mg/l, is voordeliger en milieuvriendelijker) Bij de kaliumbepaling wordt dus ten opzichte van de oude methode cesium toegevoegd en bij de natriumbepaling vervangt het cesium de kalium als ionisatiebuffer. Alleen op deze punten verschillen de nieuwe methodes van de oude.

### 2.3.2 Toetsing van de nieuwe methodes

De nieuwe methodes zijn toegepast op de monsters van het internationale gewasuitwisselingsonderzoek, om aan de hand van die gegevens tot een statistisch betrouwbare vergelijking te kunnen komen.

### 2.3.3 Resultaten toetsing nieuwe methodes

Uit de vergelijking van de resultaten van de nieuwe methode met die van de oude en die van het internationale uitwisselingsonderzoek, blijkt dat de nieuwe methode iets hogere kaliumgehalten geeft dan de medianen van het uitwisselingsonderzoek. De verschillen in gemeten gehalten kalium tussen de oude en de nieuwe methode zijn klein tot niet aanwezig (voor overzicht resultaten zie bijlage III).

De natriumgehalten van de nieuwe methode zijn nagenoeg gelijk aan de medianen van het uitwisselingsonderzoek en verschillen maar heel weinig met de gehalten die gevonden zijn met de oude methode (voor overzicht resultaten zie bijlage III).

### 2.3.4 Nieuwe voorschriften

Omdat de nieuwe methodes goede resultaten geven zijn er nieuwe voorschriften opgesteld, waarbij gebruik wordt gemaakt van dezelfde ijklijn en verdunningsoplossing voor de kalium- en natriumbepalingen, dit in tegenstelling tot de oude voorschriften, waarbij er voor elke bepaling een aparte ijklijn en verdunningsoplossing gebruikt moest worden. De gezamenlijke ijklijn bevat nu 0,04 mol/l zwavelzuur en 2000 mg/l cesium en bevat de volgende concentraties standaard :

AZ = 0	ml stand.	=	0 mg/l K	=	0.0 mg/l Na
S1 = 0.5	ml stand.	=	25 mg/l K	=	2.5 mg/l Na
S2 = 1.5	ml stand.	=	75 mg/l K	=	7.5 mg/l Na
S3 = 3.0	ml stand.	=	150 mg/l K	=	15.0 mg/l Na

omgerekend is dit :

AZ =	0 mmol/kg K	=	0.0 mmol/kg Na
S1 =	639 mmol/kg K	=	54.4 mmol/kg Na
S2 =	1919 mmol/kg K	=	163.1 mmol/kg Na
S3 =	3837 mmol/kg K	=	326.2 mmol/kg Na

De verdunningsoplossing bevat 0,04 mol/l zwavelzuur en 2500 mg/l cesium, wat voor kalium na tienvoudige verdunning een concentratie geeft van 2250 mg/l cesium in de meetoplossing en voor natrium na vijfvoudige verdunning een concentratie van 2000 mg/l cesium in de meetoplossing.

De hogere concentratie cesium bij de kalium-meetoplossing (250 mg/l cesium meer dan in de standaarden) heeft geen significante invloed op de hoogte van de gehalten aan kalium.

Tevens zijn de voorschriften voor de bepalingen van kalium en natrium in voedingsoplossingen, water en grond-extracten aangepast voor het gebruik van cesium als ionisatiebuffer. De werking van cesium bij deze monster-soorten is gelijk aan die bij de gewasmonsters, zoals blijkt uit de resultaten van 2.1.1 en 2.1.2.

#### 4. Samenvatting en conclusies.

Vanwege de vorm van de kaliumijklijn is het niet mogelijk deze door het apparaat te laten bereken. De analist dient elke keer zelf de ijklijn te tekenen en de waarden af te lezen.

Als de afbuiging in het onderste deel van de ijklijn wordt weggenomen kan de ijklijn wel berekend worden door het apparaat en kunnen dus ook de gehalten direct worden afgelezen. De afbuiging is het gevolg van het zogenaamde ionisatie-effect. Dit effect kan weggenomen worden door aan de te meten oplossingen een ionisatiebuffer toe te voegen. Er is gekozen voor cesium als ionisatiebuffer voor de kaliumbepaling en ook voor de natriumbepaling om zo tot enige vorm van standarisatie te komen.

Uit het onderzoek blijkt dat 2000 mg/l cesium goed voldoet als ionisatiebuffer voor de kalium- en natriumbepalingen. Er zijn dan ook nieuwe methodes ontwikkeld voor de kalium- en natriumbepalingen, met cesium als ionisatiebuffer. Gelijktijdig zijn de ijklijnen en verdunningen zo aangepast dat voor beide bepalingen dezelfde ijklijn en verdunningsoplossing gebruikt kan worden.

Deze nieuwe methodes zijn toegepast op de monsters van het internationale gewasuitwisselingsonderzoek en de resultaten ervan zijn vergeleken met die van de oude methodes en met de medianen van het uitwisselingsonderzoek. Uit deze vergelijking blijkt dat de nieuwe methodes goed voldoen. Voor beide bepalingen zijn dan ook nieuwe voorschriften geschreven. Daarnaast zijn aan de hand van de gevonden resultaten en van de nieuwe kalium- en natriumvoorschriften voor gewasmonsters ook nieuwe voorschriften geschreven voor de kalium- en natriumbepalingen in watermonsters, grondextracten en voedingsoplossingen.



Literatuur.

- Dean, J.A. ; Lange N.A.  
Lange's Handbook of Chemistry  
11th Edition, 1973
- Dijk, P.A. van  
Voorschriftenbundel 'Analysemethoden voor gewas'  
Proefstation voor Tuinbouw onder Glas, 1979
- Skoog, D.A. & West, D.M.  
Fundamentals of Analytical Chemistry  
4th Edition  
New York, 1982

# BIJLAGE I.

Resultaten van het onderzoek naar de invloed van cesium als ionisatiebuffer op de vorm van de ijklijnen van kalium en natrium.

Kalium.

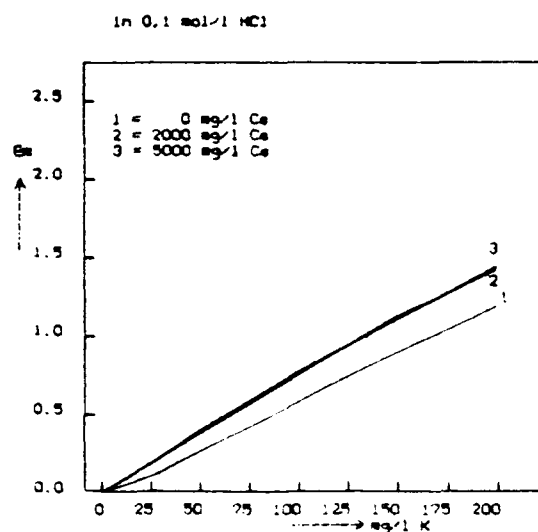
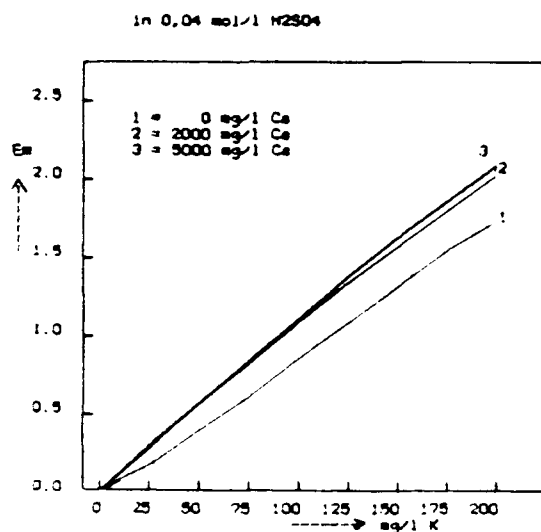
kalium-ijklijn : B1 - St1 - St2 - St3 - St4 - St5  
0 25 50 100 150 200 mg kalium per liter

in 0,04 mol/l H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

stand.	0 mg/l Cs	2000 mg/l Cs	5000 mg/l Cs
B1	0,000	0,000	0,000
St1	0,177	0,289	0,296
St2	0,396	0,567	0,581
St3	0,856	1,095	1,123
St4	1,322	1,583	1,629
St5	1,735	2,036	2,104

in 0,1 mol/l HCl

stand.	0 mg/l Cs	2000 mg/l Cs	5000 mg/l Cs
B1	0,000	0,000	0,000
St1	0,124	0,199	0,204
St2	0,277	0,391	0,406
St3	0,597	0,763	0,776
St4	0,911	1,110	1,127
St5	1,206	1,427	1,450



vervolg Bijlage I.

Natrium.

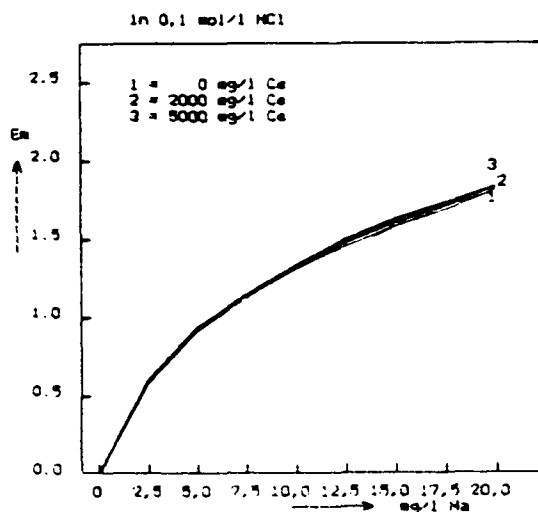
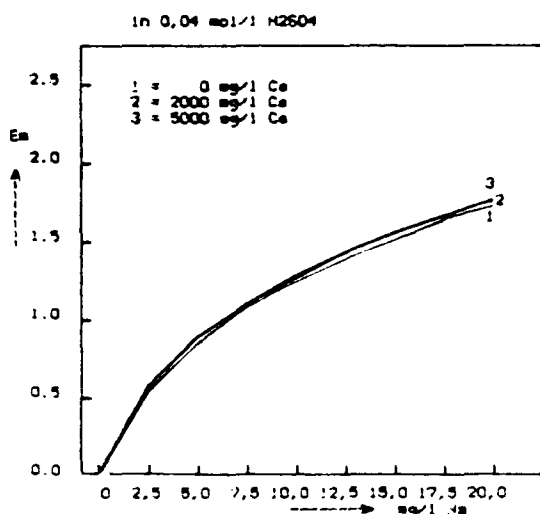
natrium-ijklijn : B1 - St1 - St2 - St3 - St4 - St5  
 0 2,5 5,0 10,0 15,0 20,0 mg natrium  
 per liter

in 0,04 mol/l H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

stand.	0 mg/l Cs	2000 mg/l Cs	5000 mg/l Cs
B1	0,000	0,000	0,000
St1	0,544	0,586	0,587
St2	0,868	0,897	0,906
St3	1,252	1,288	1,299
St4	1,528	1,564	1,568
St5	1,741	1,776	1,791

in 0,1 mol/l HCl

stand.	0 mg/l Cs	2000 mg/l Cs	5000 mg/l Cs
B1	0,000	0,000	0,000
St1	0,602	0,612	0,618
St2	0,924	0,932	0,945
St3	1,321	1,328	1,344
St4	1,584	1,607	1,629
St5	1,816	1,835	1,854



## BIJLAGE II.

Resultaten van het onderzoek naar de toepasbaarheid van cesium als ionisatiebuffer bij de bepaling van kalium- en natriumgehaltes in gewasmonsters. Ter vergelijking zijn de oude methodes ook toegepast op dezelfde monsters.

Kalium.

kalium-ijklijn : B1 - St1 - St2 - St3 - St4 - St5  
                   0     25     50     100     150     200 mg kalium per liter

A. : ijklijn + monsters zonder Cs (oude methode)

B. : ijklijn + monsters met 5000 mg/l Cs

1. : zelf ijklijn (5 stand.) tekenen en gehalten berekenen

2. : de PE 5000 de ijklijn (3 stand.) laten bepalen en de gehalten uit laten rekenen.

de gehalten zijn gegeven in mmol/kg droog gewas

nr	monster	A + 1	A + 2	B + 1	B + 2
1	jong blad tomaat 2	921		870	927
2	jong blad tomaat 4	946		895	971
3	middeljong blad tomaat 2	1023		972	1042
4	middeljong blad tomaat 4	1023	ER-12 S-vormige ijklijn	972	1035
5	oud blad tomaat 2	1330		1279	1337
6	oud blad tomaat 4	1407		1356	1411
7	komkommerblad	1458		1432	1467
8	paksoi	2225		2277	2281
9	sla volle grond	1484		1432	1476
10	spinazie	3198		3274	3277
11	S-8602 komkommer- blad	1586		1560	1600

vervolg Bijlage II.

Natrium.

natrium-ijklijn : Az - S1 - S2 - S3  
0 2,5 7,5 15,0 mg natrium per liter

C. : ijklijn en monsters zonder ionisatiebuffer

D. : ijklijn en monsters met kalium als ionisatiebuffer (oude  
methode)

E. : ijklijn en monsters met cesium als ionisatiebuffer

gehalten zijn weergegeven in mmol/kg droog gewas

nr	monster	C.	D.	E.
1	jong blad tomaat 2	36	32	30
2	jong blad tomaat 4	38	34	33
3	middeljong blad tomaat 2	44	40	40
4	middeljong blad tomaat 4	53	48	46
5	oud blad tomaat 2	48	41	43
6	oud blad tomaat 4	58	50	51
7	komkommerblad	12	9	8
8	paksoi	136	127	130
9	sla volle grond	63	56	57
10	spinazie	42	36	36
11	S-8602 komkommerblad	185	177	182

# BIJLAGE III.

Resultaten van het onderzoek ter vergelijking van de nieuwe methodes voor bepaling van kalium- en natriumgehalten in gewasmonsters, met de oude methodes en met het toetsen van de resultaten aan de resultaten van het internationale uitwisselingsonderzoek.

1. : resultaten van de nieuwe methode
2. : resultaten van de oude methode
3. : de mediaan van de resultaten van het uitwisselingsonderzoek

## Kalium.

de gehalten zijn weergegeven in mmol/kg droog gewas

monsternr.	1.	2.	3.
uitwisseling juli-aug.			
319	887	862	834
320	1090	1063	1063
321	748	726	716
322	732	706	691
323	672	646	630
324	748	725	703
uitwisseling sept.-okt.			
724	738	728	710
725	381	374	368
726	942	949	897
727	739	752	716
728	102	116	104
729	1546	1548	1414

## Natrium.

de gehalten zijn weergegeven in mmol/kg droog gewas

monsternr.	1.	2.	3.
uitwisseling juli-aug.			
319	23	22	22
320	13	10	13
321	23	19	23
322	5	3	5
323	18	15	17
324	23	20	23
uitwisseling sept.-okt.			
724	24	22	23
725	1	1	2
726	373	374	360
727	22	21	23
728	3	2	2
729	53	52	50

#### BIJLAGE IV.

Nieuwe voorschriften voor de kalium- en natriumbepalingen in  
gewas, grond, water en voedingsoplossingen.

## KALIUM-BEPALING IN GEWAS

### 1. Onderwerp.

Dit voorschrift beschrijft een methode voor de bepaling van het kalium-gehalte van gedroogd gewas met behulp van Atomaire Emissie Spectrometrie.

### 2. Toepassing.

Dit voorschrift is van toepassing op alle soorten gedroogde gewas-monsters. In het algemeen kunnen kaliumgehaltenes vanaf 10 mmol/kg luchtdroog gewas bepaald worden.

### 3. Principe.

Door ontsluiting van het gewasmonster volgens de Schaumloffelmethode, wordt kalium in oplossing gebracht. Kalium wordt bepaald door middel van Atomaire Emissie Spectrometrie bij een golflengte van 404,2 nm, als excitatiebron wordt een oxiderende acetyleen-lucht vlam toegepast. Het ionisatie-effect wordt tegen gegaan door toevoeging van cesium.

### 4. Reagentia.

Zwavelzuur, 96 % geconcentreerd, pa.

Zwavelzuur, 2 mol/l pa.

- voeg 112 ml zwavelzuur 96 % pa. toe aan 600 ml water, goed mengen, af laten koelen en aanvullen tot 1 liter met water.

Zwavelzuur, 0,04 mol/l pa.

- verdun 20 ml 2 mol/l zwavelzuur met water tot 1 liter.

Cesium-oplossing 20.000 mg Cs/l.

- los 25,3 g CsCl pa. op in 1,0 liter water.

Verduunningsoplossing 2500 mg Cs/l in 0,04 mol/l H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.

- verdun 125 ml 20.000 mg Cs/l + 20 ml 2 mol/l H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> tot 1 liter met water.

Mengstandaardoplossing : 500 mg/l Na + 5000 mg/l K

500 mg/l Ca + 50 mg/l Mg

- weeg nauwkeurig af : 9,5339 g KCl pa. en 1,2710 g NaCl pa. (beide eerst 2 uur drogen bij 105 graden C.), los op in ca. 250 ml water en spoel over in een maatkolf van 1 liter, voeg toe 100,0 ml calciumhoofdstandaardoplossing (5000 mg/l) en 50,0 ml magnesiumhoofdstandaardoplossing (1000 mg/l) en vul aan met water.

Standaardreeks : 0 - 25 - 75 - 150 mg/l kalium

- met behulp van de dosimat E 535 de reeks als volgt bereiden :

Az : 0,000 ml mengstandaardoplossing doseren in maatkolf 100 ml

S1 : 0,500 ml idem

S2 : 1,500 ml idem

S3 : 3,000 ml idem

aan alle vier de standaarden toevoegen 10 ml cesiumoplossing

20.000 mg Cs/l en 2 ml 2 mol/l H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, daarna aanvullen tot 100,0 ml met water.



Als de gehalten van de standaarden omgerekend worden naar mmol/kg droog gewas, levert dit de volgende gehalten op :

- Az = 0 mg/l kalium = 0 mmol kalium per kg droog gewas
- S1 = 25 mg/l kalium = 639 mmol kalium per kg droog gewas
- S2 = 75 mg/l kalium = 1919 mmol kalium per kg droog gewas
- S3 = 150 mg/l kalium = 3837 mmol kalium per kg droog gewas

## 5. Apparatuur.

Atomaire absorptie spectrometer Perkin Elmer 5000.

- bij een golflengte van 404,2 nm de emissie meten, met een oxiderende acetyleen-lucht vlam en de 10 cm brander.

Metrohm dosimat E 535

- voor doseren mengstandaardoplossing (tot op 0,001 ml nauwkeurig)

## 6. Werkwijze.

### a. voorbehandeling monsters.

- Ontsluit de gewasmonsters volgens de Schaumloffelmethode.
- Verdun de destruaten daarna 10 maal met de verdunningsoplossing van 2500 mg Cs/l (1 ml monster + 9 ml verdunningsoplossing).
- Verdun, indien bij de meting het kaliumgehalte van de 10 maal verdunde destruaten hoger blijkt te zijn dan de hoogste standaard, de destruaten eerst met 0,04 mol/l H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> voordat er 10 maal verdund wordt met de verdunningsoplossing.

### b. de meetmethode.

- De PE 5000 aanzetten en de magneetkaart voor de kaliumbepaling invoeren.
- Installeer de 10 cm brander.
- Stel de branderhoogte in op 6.
- De hoogste standaard verstuiven en de knop < peak> indrukken.
- De standaarden meten.
- De monsters meten.
- Ter controle de standaarden opnieuw meten.
- De resultaten zijn uitgedrukt in mmol/kg luchtdroog gewas.

## 7. De berekening.

$$x = \frac{(A-B) \cdot F \cdot y \cdot 1000 \cdot V_f}{I \cdot M_w} = 25,58 \cdot (A-B) \cdot V_f$$

- x = gehalte kalium in het gewasmonster in mmol/kg stoofdroog gewas
- A = gehalte kalium in het tienmaal verdunde destruaat in mg/l
- B = gehalte kalium in de blanco in mg/l
- F = verdunningsfactor (= 10)
- y = totaal volume destruaat in l (= 0,075 l)
- I = inweeg monster in g (= 0,750 g)
- M<sub>w</sub> = molgewicht kalium in g/mol (= 39,10 g/mol)
- V<sub>f</sub> = correctiefactor voor het vochtgehalte van het monster

N.B. Bij directe aflezing alleen correcties toepassen voor het vochtgehalte en eventuele extra verdunningen.

## NATRIUM-BEPALING IN GEWAS

### 1. Onderwerp.

Dit voorschrift beschrijft een methode voor de bepaling van het natrium-gehalte van gedroogd gewas met behulp van Atomaire Emissie Spectrometrie.

### 2. Toepassing.

Dit voorschrift is van toepassing op alle soorten gedroogde gewas-monsters. In het algemeen kunnen natriumgehalten vanaf 1 mmol/kg luchtdroog gewas bepaald worden.

### 3. Principe.

Door ontsluiting van het gewasmonster volgens de Schaumloffelmethode, wordt natrium in oplossing gebracht. Natrium wordt bepaald door middel van Atomaire Emissie Spectrometrie bij een golflengte van 589,0 nm, als excitatiebron wordt een oxiderende acetyleen-lucht vlam toegepast. Het ionisatie-effect wordt tegen gegaan door toevoegen van cesium.

### 4. Reagentia.

Zwavelzuur, 96 % geconcentreerd, pa.

Zwavelzuur, 2 mol/l pa.

- voeg 112 ml zwavelzuur 96 % pa. toe aan 600 ml water, goed mengen, af laten koelen en aanvullen tot 1 liter met water.

Zwavelzuur, 0,04 mol/l pa.

- verdun 20 ml 2 mol/l zwavelzuur met water tot 1 liter.

Cesium-oplossing 20.000 mg Cs/l.

- los 25,3 g CsCl pa. op in 1,0 liter water.

Verduunningsoplossing 2500 mg Cs/l in 0,04 mol/l H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.

- verdun 125 ml 20.000 mg Cs/l + 20 ml 2 mol/l H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> tot 1 liter met water.

Mengstandaardoplossing : 500 mg/l Na + 5000 mg/l K

500 mg/l Ca + 50 mg/l Mg

- weeg nauwkeurig af : 9,5339 g KCl pa. en 1,2710 g NaCl pa. (beide eerst 2 uur drogen bij 105 graden C.), los op in ca. 250 ml water en spoel over in een maatkolf van 1 liter, voeg toe 100,0 ml calciumhoofdstandaardoplossing (5000 mg/l) en 50,0 ml magnesiumhoofdstandaardoplossing (1000 mg/l) en vul aan met water.

Standaardreeks : 0 - 2,5 - 7,5 - 15,0 mg/l natrium

- met behulp van de dosimat E 535 de reeks als volgt bereiden :

Az : 0,000 ml mengstandaardoplossing doseren in maatkolf 100 ml

S1 : 0,500 ml idem

S2 : 1,500 ml idem

S3 : 3,000 ml idem

aan alle vier de standaarden toevoegen 10 ml cesiumoplossing

20.000 mg Cs/l en 2 ml 2 mol/l H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, daarna aanvullen tot 100,0 ml met water.

Als de gehalten van de standaarden omgerekend worden naar mmol/kg droog gewas, levert dit de volgende gehalten op :

- Az = 0,0 mg/l natrium = 0,0 mmol natrium per kg droog gewas
- S1 = 2,5 mg/l natrium = 54,4 mmol natrium per kg droog gewas
- S2 = 7,5 mg/l natrium = 163,1 mmol natrium per kg droog gewas
- S3 = 15,0 mg/l natrium = 326,2 mmol natrium per kg droog gewas

## 5. Apparatuur.

Atomaire absorptie spectrometer Perkin Elmer 5000

- bij een golflengte van 589,0 nm de emissie meten, met een oxiderende acetyleen-lucht vlam en de 10 cm brander.

Metrohm dosimat E 535

- voor doseren mengstandaardoplossing (tot op 0,001 ml nauwkeurig).

## 6. Werkwijze.

### a. voorbehandeling monsters.

- Ontsluit de gewasmonsters volgens de Schaumloffelmethode.
- Verdun de destruaten daarna 5 maal met de verdunningsoplossing 2500 mg Cs/l (2 ml monster + 8 ml verdunningsoplossing).
- Verdun, indien bij de meting het natriumgehalte van de 5 maal verdunde destruaten hoger blijkt te zijn dan de hoogste standaard, de destruaten eerst met 0,04 mol/l H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> voordat er 5 maal verdund wordt met de verdunningsoplossing.

### b. de meetmethode.

- De PE 5000 aanzetten en de magneetkaart voor de natriumbepaling invoeren.
- Installeer de 10 cm brander.
- Stel de branderhoogte in op 2.
- De hoogste standaard verstuiven en op de knop < peak> drukken.
- De standaarden meten.
- De monsters meten.
- Ter controle de standaarden opnieuw meten.
- De resultaten zijn uitgedrukt in mmol/kg luchtdroog gewas.

## 7. De berekening.

$$x = \frac{(A-B) \cdot F \cdot y \cdot 1000 \cdot V_f}{I \cdot M_w} = 21,75 \cdot (A-B) \cdot V_f$$

x = gehalte natrium in het gewasmonster in mmol/kg stoofdroog gewas

A = gehalte natrium in het 5 maal verdunde destruaat in mg/l

B = gehalte natrium in de blanco in mg/l

F = verdunningsfactor (= 5)

y = totaal volume destruaat in l (= 0,075 l)

I = inweeg monster in g (= 0,750 g)

M<sub>w</sub> = molgewicht natrium in g/mol (= 22,99 g/mol)

V<sub>f</sub> = correctiefactor voor het vochtgehalte van het monster

N.B. Bij directe uitlezing alleen correcties toepassen voor het vochtgehalte en eventuele verdunningen.

## KALIUMBEPALING IN GROND, WATER EN VOEDINGSOPLOSSINGEN

### 1. Onderwerp.

Dit voorschrift beschrijft een methode voor de bepaling van de kaliumconcentraties in grondextracten, watermonsters en voedingsoplossingen met behulp van Atomaire Emissie Spectrometrie.

### 2. Toepassing.

Dit voorschrift is van toepassing op alle soorten waterige oplossingen. In het algemeen kunnen kaliumconcentraties vanaf 0,05 mmol/l bepaald worden.

### 3. Principe.

In, na verschillende voorbehandelingen verkregen, waterige oplossingen wordt de kaliumconcentratie bepaald door middel van Atomaire Emissie Spectrometrie bij een golflengte van 404,2 nm. Als excitatiebron wordt een oxiderende acetyleen-lucht vlam toegepast. Het ionisatie-effect wordt tegen gegaan door toevoeging van cesium.

### 4. Reagentia.

Zoutzuur, 37 % geconcentreerd, pa.

Zoutzuur, 5 mol/l pa.

- verdun 400 ml HCl 37 % pa. tot 1 liter met water.

Zoutzuur, 1 mol/l pa.

- verdun 80 ml HCl 37 % pa. tot 1 liter met water.

Cesiumoplossing 20.000 mg Cs/l.

- los 25,3 g CsCl pa. op in 1,0 liter water.

Verduunningsoplossing 2500 mg Cs/l in 0,125 mol/l HCl.

- verdun 125 ml 20.000 mg Cs/l + 25 ml 5 mol/l HCl tot 1 liter met water.

Mengstandaardoplossing : 500 mg/l Na + 5000 mg/l K

500 mg/l Ca + 50 mg/l Mg

- weeg nauwkeurig af : 9,5339 g KCl pa. en 1,2710 g NaCl pa. (beide eerst 2 uur drogen bij 105 graden C.), los op in ca. 250 ml water en spoel over in een maatkolf van 1 liter, voeg toe 100,0 ml calciumhoofdstandaardoplossing (5000 mg/l) en 50,0 ml magnesiumhoofdstandaardoplossing (1000 mg/l) en vul aan met water.

Standaardreeks : 0 - 25 - 75 - 150 mg/l kalium

- met behulp van de dosimat E 535 de reeks als volgt bereiden :

Az : 0,000 ml mengstandaardoplossing doseren in maatkolf 100 ml

S1 : 0,500 ml idem

S2 : 1,500 ml idem

S3 : 3,000 ml idem

aan alle vier de standaarden toevoegen 10 ml cesiumoplossing

20.000 mg Cs/l en 10 ml 1 mol/l HCl, daarna aanvullen tot 100,0 ml met water.

Als de concentraties van de standaarden omgerekend worden naar mmol/l monsteroplossing, levert dit de volgende concentraties op :

- Az = 0 mg/l kalium = 0,0 mmol kalium per liter monsteroplossing
- S1 = 25 mg/l kalium = 3,2 mmol kalium per liter monsteroplossing
- S2 = 75 mg/l kalium = 9,6 mmol kalium per liter monsteroplossing
- S3 = 150 mg/l kalium = 19,2 mmol kalium per liter monsteroplossing

## 5. Apparatuur.

Atomaire absorptie spectrometer Perkin Elmer 5000

- bij een golflengte van 404,2 nm de emissie meten, met een oxiderende acetyleen-lucht vlam en de 10 cm brander.

Metrohm dosimat E 535

- voor doseren mengstandaardoplossing (tot op 0,001 ml nauwkeurig).

## 6. Werkwijze.

### a. voorbehandeling monsters.

- Extraheer de grond/potgrond monsters volgens voorschrift.
- Filtreer de water en voedingsoplossing monsters over S&S filter 1506.
- Verdun de zo verkregen monsters 5 maal met de verdunningsoplossing 2500 mg Cs/l (2 ml monster + 8 ml verdunningsoplossing).
- Verdun, indien bij de meting de kaliumconcentratie van de 5 maal verdunde monsteroplossingen hoger blijkt te zijn dan de hoogste standaard, het monster eerst met water voordat er 5 maal verdund wordt met de verdunningsoplossing.

### b. de meetmethode.

- De PE 5000 aanzetten en de magneetkaart voor de kaliumbepaling invoeren.
- Installeer de 10 cm brander.
- Stel de branderhoogte in op 6.
- De hoogste standaard verstuiven en op de knop < peak> drukken.
- De standaarden meten.
- De monsters meten.
- Ter controle de standaarden opnieuw meten.
- De resultaten zijn uitgedrukt in mmol/l monsteroplossing.

## 7. De berekening.

$$x = \frac{(A-B) \cdot F}{Mw} = 0,1279 \cdot (A-B)$$

x = concentratie kalium in de monsteroplossing in mmol/l

A = concentratie kalium in de 5 maal verdunde monsteroplossing in mg/l

B = concentratie kalium in de blanco in mg/l

F = verdunningsfactor (= 5)

Mw = molgewicht kalium in g/mol (= 39,10 g/mol)

N.B. Bij directe uitlezing alleen correctie toepassen voor eventuele verdunningen.

## NATRIUMBEPALING IN GROND, WATER EN VOEDINGSOPLOSSINGEN

### 1. Onderwerp.

Dit voorschrift beschrijft een methode voor de bepaling van de natriumconcentraties in grondextracten, watermonsters en voedingsoplossingen met behulp van Atomaire Emissie Spectrometrie.

### 2. Toepassing.

Dit voorschrift is van toepassing op alle soorten waterige oplossingen. In het algemeen kunnen natriumconcentraties vanaf 0,01 mmol/l bepaald worden.

### 3. Principe.

In, na verschillende voorbehandelingen verkregen, waterige oplossingen wordt de natriumconcentratie bepaald door middel van Atomaire Emissie Spectrometrie bij een golflengte van 589,0 nm. Als excitatiebron wordt een oxiderende acetyleen-lucht vlam toegepast. Het ionisatie-effect wordt tegen gegaan door toevoegen van cesium.

### 4. Reagentia.

Zoutzuur, 37 % geconcentreerd, pa.

Zoutzuur, 5 mol/l pa.

- verdun 400 ml HCl 37 % pa. tot 1 liter met water.

Zoutzuur, 1 mol/l pa.

- verdun 80 ml HCl 37 % pa. tot 1 liter met water.

Cesiumoplossing 20.000 mg Cs/l.

- los 25,3 g CsCl pa. op in 1,0 liter water.

Verduunningsoplossing 2500 mg Cs/l in 0,125 mol/l HCl.

- verdun 125 ml 20.000 mg Cs/l + 25 ml 5 mol/l HCl tot 1 liter met water.

Mengstandaardoplossing : 500 mg/l Na + 5000 mg/l K

500 mg/l Ca + 50 mg/l Mg

- weeg nauwkeurig af : 9,5339 g KCl pa. en 1,2710 g NaCl pa. (beide eerst 2 uur drogen bij 105 graden C.), los op in ca. 250 ml water en spoel over in een maatkolf van 1 liter, voeg toe 100,0 ml calciumhoofdstandaardoplossing (5000 mg/l) en 50,0 ml magnesiumhoofdstandaardoplossing (1000 mg/l) en vul aan met water.

Standaardreeks : 0 - 2,5 - 7,5 - 15,0 mg/l natrium

- met behulp van de dosimat E 535 de reeks als volgt bereiden :

Az : 0,000 ml mengstandaardoplossing doseren in maatkolf 100 ml

S1 : 0,500 ml idem

S2 : 1,500 ml idem

S3 : 3,000 ml idem

aan alle vier de standaarden toevoegen 10 ml cesiumoplossing

20.000 mg Cs/l en 10 ml 1 mol/l HCl, daarna aanvullen tot 100,0 ml met water.

Als de concentraties van de standaarden omgerekend worden naar mmol/l monsteroplossing, levert dit de volgende concentraties op :

- Az = 0,0 mg/l natrium = 0,00 mmol natrium per liter monsteropl.
- S1 = 2,5 mg/l natrium = 0,54 mmol natrium per liter monsteropl.
- S2 = 7,5 mg/l natrium = 1,63 mmol natrium per liter monsteropl.
- S3 = 15,0 mg/l natrium = 3,26 mmol natrium per liter monsteropl.

#### 5. Apparatuur.

Atomaire absorptie spectrometer Perkin Elmer 5000

- bij een golflengte van 588,8 nm de emissie meten, met een oxiderende acetyleen-lucht vlam en de 10 cm brander.

Metrohm dosimat E 535

- voor doseren mengstandaardoplossing (tot op 0,001 ml nauwkeurig).

#### 6. Werkwijze.

##### a. voorbehandeling monsters.

- Extraheer de grond/potgrond monsters volgens voorschrift.
- Filtreer de water en voedingsoplossing monsters over S&S filter 1506.
- Verdun de zo verkregen monsters 5 maal met de verdunningsoplossing 2500 mg Cs/l (2 ml monster + 8 ml verdunningsoplossing).
- Verdun, indien bij de meting de natriumconcentratie van de 5 maal verdunde monsteroplossingen hoger blijkt te zijn dan de hoogste standaard, het monster eerst met water voordat er 5 maal verdund wordt met de verdunningsoplossing.

##### b. de meetmethode.

- De PE 5000 aanzetten en de magneetkaart voor de natriumbepaling invoeren.
- Installeer de 10 cm brander.
- Stel de branderhoogte in op 2.
- De hoogste standaard verstuuven en op de knop < peak> drukken.
- De standaarden meten.
- De monsters meten.
- Ter controle de standaarden opnieuw meten.
- De resultaten zijn uitgedrukt in mmol/l monsteroplossing.

#### 7. De berekening.

$$x = \frac{(A-B) \cdot F}{Mw} = 0,2175 \cdot (A-B)$$

x = concentratie natrium in de monsteroplossing in mmol/l

A = concentratie natrium in de 5 maal verdunde monsteroplossing in mg/l

B = concentratie natrium in de blanco in mg/l

F = verdunningsfactor (= 5)

Mw = molgewicht natrium in g/mol (= 22,99 g/mol)

N.B. Bij directe uitlezing alleen correcties toepassen voor eventuele extra verdunningen.